



PUNCH 03 / 00498

#2

SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
CONFÉDÉRATION SUISSE
CONFEDERAZIONE SVIZZERA

| | |
|-------------------|-----|
| REC'D 29 JUL 2003 | |
| WIPO | PCT |

Bescheinigung

Die beiliegenden Akten stimmen mit den ursprünglichen technischen Unterlagen des auf der nächsten Seite bezeichneten Patentgesuches für die Schweiz und Liechtenstein überein. Die Schweiz und das Fürstentum Liechtenstein bilden ein einheitliches Schutzgebiet. Der Schutz kann deshalb nur für beide Länder gemeinsam beantragt werden.

Attestation

Les documents ci-joints sont conformes aux pièces techniques originales de la demande de brevet pour la Suisse et le Liechtenstein spécifiée à la page suivante. La Suisse et la Principauté de Liechtenstein constituent un territoire unitaire de protection. La protection ne peut donc être revendiquée que pour l'ensemble des deux Etats.

Attestazione

I documenti allegati sono conformi agli atti tecnici originali della domanda di brevetto per la Svizzera e il Liechtenstein specificata nella pagina seguente. La Svizzera e il Principato di Liechtenstein formano un unico territorio di protezione. La protezione può dunque essere rivendicata solamente per l'insieme dei due Stati.

Bern, 23. Juli 2003

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Eidgenössisches Institut für Geistiges Eigentum
Institut Fédéral de la Propriété Intellectuelle
Istituto Federale della Proprietà Intellettuale

Patentverfahren
Administration des brevets
Amministrazione dei brevetti

H. Jenni
Heinz Jenni

Best Available Copy

Patentgesuch Nr. 2002 1300/02

HINTERLEGUNGSBESCHEINIGUNG (Art. 46 Abs. 5 PatV)

Das Eidgenössische Institut für Geistiges Eigentum bescheinigt den Eingang des unten näher bezeichneten schweizerischen Patentgesuches.

Titel:

Verfahren zum Schmelzspinnen von Polyester-Mikrofilamenten mit einem Titer von maximal 0,7 dtex und danach herstellbare Polyester-Mikrofilamente.

Patentbewerber:

Inventa-Fischer AG
Reichenauerstrasse
7013 Domat/Ems

Vertreter:

Dr. Walter-Joachim Schulze
Obere Quaderstrasse 21
7015 Tamins

Anmeldedatum: 24.07.2002

Voraussichtliche Klassen: D01D

**INVENTA FISCHER AG
CH 7013 Domat/Ems**

AM02

„Verfahren zum Schmelzspinnen von Polyester-Mikrofilamenten mit einem Titer von maximal 0,7 dtex und danach herstellbare Polyester-Mikrofilamente“

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Schmelzspinnen von Polyester-Mikrofilamenten mit einem Titer von maximal 0,7 dtex und die danach herstellbaren Polyester-Mikrofilamente.

Nach dem Stand der Technik wird beim Filament-Schmelzspinnen eine Polymerschmelze aus einem Extruder oder aus einer Polykondensationsanlage durch Spinnpumpen den Spinddüsenplatten zugeführt. Nach Austritt der Schmelze aus den Kapillar-Bohrungen der Düsenplatten in Form von feinen Filamenten werden diese Filamente mit Hilfe eines Kühlsystems, zum Beispiel durch Anblasen mit Luft, abgekühlt, danach zusammengefasst, gebündelt, mit Spinnpräparation beaufschlagt und gegebenenfalls mit sehr hohen Geschwindigkeiten, zum Beispiel mit mehr als 2000m/min, aufgewickelt.

Seit mehr als 10 Jahren zeichnet sich in der Spinn Technologie für Polymere eine Entwicklung zur Herstellung von Filamentgarnen mit immer feineren Einzelfilament-Titern, sogenannten Mikrofilamenten mit Titern unter 1 dtex ab.

Die für die textile Weiterverarbeitung üblichen Mikrofilamentgarne setzen sich nach dem heutigen Stand der Technik bevorzugt aus mehr als 100 Einzelfilamenten zusammen.

Produkte aus derartig vielen Mikrofilamenten zeichnen sich durch besondere, für den Verbraucher vorteilhafte Eigenschaften aus.

Für den Fachmann ist das Schmelzspinnen von Mikrofilamenten keinesfalls trivial.

Der Austritt der Polymerschmelze aus den feinen Düsenbohrungen und das Abkühlen der Filamente sind sehr wichtige Verfahrensschritte, denn durch ihre Gleichmässigkeit werden die Massengleichmässigkeit, die textilen Eigenschaften wie Festigkeit und Dehnung und besonders die Gleichmässigkeit und Qualität der Anfärbung der Mikrofilamente und der daraus zusammengefassten Garne ganz wesentlich beeinflusst.

So bereitet allein die konstante Temperaturführung in der hochviskosen Polymerschmelze bei geringem Materialfluss für extrem feine Filamenttiter bis zur Düsenplatte und durch die Kapillar-Bohrungen hindurch erhebliche Schwierigkeiten. Unter zu hohen Spinntemperaturen bauen die Polymeren um so schneller ab, tiefere Temperaturen führen zu grösseren Unregelmässigkeiten unter den Filamenten einer Spinn Düsenplatte und zu vermehrten Unterbrüchen einzelner Filamente oder der gesamten Filamentbündel beim Austritt aus der Düsenplatte.

Nach dem Stand der Technik sind Polymere mit Schmelzviskositäten, die ausserhalb des Bereichs der sogenannten Spinnqualitäten liegen, nicht verspinnbar.

Für Polyethylenterephthalat liegen diese beispielsweise zwischen 130 und 180 Pa s / 290°C, was relativen Lösungsviskositäten (1,0%ig in m-Kresol bei 20°C) von 1,60 bis 1,65 entspricht.

Für die vorliegende Erfindung lag somit die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Schmelzspinnen von Polyester- Mikrofilamenten mit Titern unter 1.0 dtex zur Verfügung zu stellen, das bei grosser Spinnsicherheit Filamente und die daraus zusammengefassten Filamentgarne mit sehr gleichmässigen textilen Eigenschaften und vor allem mit besonders gleichmässiger Anfärbbarkeit herstellen lässt.

Diese Aufgabe wird durch das Verfahren zum Schmelzspinnen von Polyester-Mikrofilamenten mit einem Titer von maximal 0,7 dtex gelöst.

Überraschenderweise hat sich in Spinnversuchen gezeigt, dass Polyester-Mikrofilamente im Gegensatz zum bisher bekannten Stand der Technik durchaus mit tieferen Viskositäten, als sie den sogenannten Spinnqualitäten zum Filamentspinnen entsprechen, gesponnen werden können.

Es hat sich sogar als besonders vorteilhaft für die Spinnsicherheit solcher Mikrofilamente mit Titern unter 0,7 dtex erwiesen, wenn die Polymerschmelze eine reduzierte. rel. Lösungs- bzw Schmelzviskosität aufweist.

So kann insbesondere für Polyethylenterephthalat eine klare Abhängigkeit für Filamenttiter zwischen 0.1 und 0,7 dtex von der Viskosität formuliert werden, nach der die Spinnsicherheit ausgezeichnet und die Anfärbbarkeit der Mikrofilamente und der aus ihnen zusammengefassten Filamentgarne hervorragend ist.

Nach der Formel :

$$(0,1052 \times \ln x) + 1,649 = \eta_{\text{rel}}$$

können Polyethylenterephthalat-Mikrofilamente im Bereich zwischen 0,1 und 0,7 dtex problemlos zu gesponnen werden, wobei die Spinnengeschwindigkeit 2500 ± 200 m/min ist und die daraus resultierenden Bruchdehnungen (BD) der POY Filamente zwischen 95-120 % liegen.

Dabei steht x für den Filamenttiter (DTY-Titer) in dtex, die relative Lösungsviskosität η_{rel} wird 1%ig in m-Kresol bei 20°C gemessen.

Definierte Filamenttiter sind bei den errechneten Viskositäten mit einer Schwankungsbreite der relativen Lösungsviskosität von etwa ± 0.05 noch mit den gleich guten Ergebnissen, bei einem definierten Spinnengeschwindigkeitsniveau von beispielsweise 2500 m/min, gut spinnbar.

Innerhalb dieser Relation ist es zum Beispiel möglich, Mikrofilamente mit einem Titer von 0,34 dtex aus Polyethylenterephthalat mit einer rel. Lösungsviskosität um 1,53, solche von 0,23 dtex mit η_{rel} um 1,49 und von 0,1 dtex mit η_{rel} um 1,41 zu spinnen.

Die so zum Schmelzspinnen von POY - Mikrofilamenten verwendeten reduzierten Polyethylenterephthalat-Viskositäten liegen damit vorteilhaft in einem η_{rel} -Bereich von ca. 1,40 bis 1,60.

Mit den erfindungsgemässen Verfahren können Mikrofilamente mit einem Titer von maximal 0,7 dtex, bevorzugt solche mit Titern zwischen 0,1 und 0,5 dtex und besonders bevorzugt zwischen 0,1 und 0,3 dtex gesponnen werden, wobei als besonderer Vorteil die für das Mikrofilamentspinnen bekannten totalen Spinnunterbrüche durch das Abreißen aller Filamente an der Düsenplatte in allen Titerbereichen unterbleiben.

Die relativen Lösungs- bzw die Schmelzeviskositäten können durch die Polykondensation oder das Spinngranulat direkt vorgegeben werden.

Sie lassen sich ebenso vorteilhaft einstellen durch Zugabe von Additiven, welche die Viskosität gezielt erniedrigen, in die Polymer-Schmelze oder zum Spinngranulat in den Extruder.

Grundsätzlich können auch andere Spinnengeschwindigkeitniveaus zwischen 2000-3300 m/min für den Titerbereich angewendet werden, wobei angepasste Viskositäten zur Optimierung der Spinnsicherheit und Färbegleichmässigkeit anzuwenden sind.

In vorteilhafter Weise eignen sich als solche Additive Diole, aliphatische und aromatische Dicarbonsäuren, in besonderer Weise sogar Alkohole oder Wasser.

Unter den Diolen sind Ethylenglykol, Diethylenglykol und besonders Triethylenglykol bevorzugt.

Beispielsweise wird der Polyethylenterephthalat-Schmelze Triethylenglykol in Mengen von 0,1 - 0,4 Gew.-% zugesetzt, um rel. Lösungsviskositäten im Bereich von 1,4 bis 1,6 zu erreichen.

Die Erfindung beinhaltet auch Polyester-Mikrofilamente mit einem Titer von maximal 0,7 dtex, welche durch das erfindungsgemässe Verfahren herstellbar sind und die sich durch einen Grauskala-Wert für die Anfärbegleichmässigkeit von 4,5 bis 5,0 auszeichnen.

Diese Anfärbegleichmässigkeit ist von besonderem Wert für die textile Weiterverarbeitung der erfindungsgemässen Mikrofilamente und der daraus zusammengefassten Filamentgarne, da es dem Fachmann wohlbekannt ist, dass marktgängige Garne selbst bei hohen Gleichmässigkeiten der textilen Eigenschaften gemäss den gebräuchlichen Usterwerten U und U1/2 noch in der Weiterverarbeitung störende färberische Ungleichmässigkeiten aufweisen können.

Zur Bestimmung der Gleichmässigkeit der Anfärbung der Mikrofilamente wurden mit einem Testfarbstoff Mikrofilamentgarne im Strickschlauch gefärbt und in einem Spektralphotometer gemessen und die L, a, b - Werte bestimmt.

Dabei lieferten Muster, welche von verschiedenen Spinnstellen bzw. Fadenenden einer halbtechnischen Anlage über 24 Stunden entnommen wurden, Resultate mit ausgezeichneten ΔE Werten, die ausnahmslos unter 1,0 bevorzugt unter 0,6 lagen (Beispiel 1).

Mit dem erfindungsgemässen Verfahren können die Mikrofilamente auch in bevorzugter Weise spinngefärbt werden.

Die erfindungsgemässen Mikrofilamente eignen sich zum weiteren Verstrecken und zur thermischen und/oder mechanischen Behandlung, wie zum Beispiel das Spinn-Streck-Texturieren. Sie können auch zu hochorientierten Filamentgarnen weiterverarbeitet werden.

Beispiele:

„Verfahren zum Schmelzspinnen von Polyester-Mikrofilamenten mit einem Titer von maximal 0,7 dtex und danach herstellbare Polyester-Mikrofilamente“

| Varianten: | | Beispiel 1a | Beispiel 1b | Beispiel 1c | Beispiel 1d |
|------------------------|----------|-------------|-------------|-------------|----------------|
| Gesamtiter | dtex | 88.0 | 88.0 | 56.0 | 56.0 |
| Einzeltiter | dtex | 0.46 | 0.46 | 0.29 | 0.29 |
| Spinnengeschwindigkeit | m/min | 2500 | 2500 | 2500 | 2500 |
| Schmelzetemperatur | °C | 295 | 295 | 295 | 295 |
| Chips Viskosität | m-Kresol | 1.64 | 1.64 | 1.64 | 1.64 |
| Reduzierte Viskosität | m-Kresol | 1.510 | 1.56 | 1.47 | 1.63 |
| TEG Zugabe | % | 0.20 | 0.10 | 0.31 | - |
| Spinnablauf | | sehr gut | gut | sehr gut | nicht spinnbar |

POY Daten:

| | | | | | |
|-----------|---------|------|------|-----|---|
| Uster 1/2 | U % | 0.27 | 0.36 | 1.1 | - |
| Uster | U % | 0.45 | 0.67 | 2.4 | - |
| RF | CN/dtex | 2.6 | 2.6 | 2.3 | - |
| BD | % | 105 | 98.0 | 117 | - |

DTY - Daten:

| | | | | | |
|---------------------------|---------|----------|------|------|---|
| Spinn-Streck-Texturierung | | sehr gut | gut | gut | - |
| Einzeltiter | dtex | 0.34 | 0.34 | 0.23 | - |
| Gesamtiter | dtex | 65.4 | 65.8 | 43.2 | - |
| RF | CN/dtex | 3.3 | 3.3 | 2.7 | - |
| BD | % | 23.3 | 23.1 | 24.5 | - |
| KS | % | 4.2 | 4.1 | 2.1 | - |

Farbbeurteilung:

| | | | | | |
|----------------|--|-------|-------|-------|---|
| Grauwert Skala | | 5 | 4 | 5 | - |
| Hunterlab | | | | | |
| b | | -33.8 | -32.4 | -30.6 | - |
| SDEV (b) | | 0.12 | 0.19 | 0.35 | - |
| deltaE max. | | 0.4 | 0.5 | 1.0 | - |

„Verfahren zum Schmelzspinnen von Polyester-Mikrofilamenten mit einem Titer von maximal 0,7 dtex und danach herstellbare Polyester-Mikrofilamente“

Ansprüche

1. Verfahren zum Schmelzspinnen von PES-Mikrofilamenten mit einem Titer von maximal 0,7 dtex,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Mikrofilamente in Abhängigkeit von ihrem Titer aus der Schmelze eines Polyesters mit gegenüber PES-Faserspinnqualitäten reduzierter relativer Lösungsviskosität gesponnen werden.
2. Verfahren gemäss Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Polyesterschmelze Polyethylenterephthalat ist.
3. Verfahren gemäss Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Titer der Mikrofilamente (DTY-Titer) aus Polyterephthalatschmelzen gesponnen werden, deren reduzierte relative Lösungsviskosität nach der Formel
$$\eta = 0.1052 \times \ln x + 1,649$$
ermittelt wird,
wenn die Spinnengeschwindigkeit von 2500 m/min \pm 10 % angewendet werden,
wobei die Spinnbarkeit definierter Filamenttiter mit einer Schwankungsbreite der relativen Lösungsviskosität von \pm 0.05 realisiert werden kann.
4. Verfahren gemäss Anspruch 1
dadurch gekennzeichnet, dass die reduzierte relative Lösungsviskosität der Polyethylenterephthalatschmelze durch Zugabe und homogenes Einmischen von mindestens einem viskositätsregelnden Additiv eingestellt wird.
5. Verfahren gemäss Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass das Additiv ausgewählt ist aus der Gruppe aliphatische Diole, aliphatische Dicarbonsäuren aromatische Dicarbonsäuren und Wasser.
6. Verfahren gemäss Anspruch 4,
dadurch gekennzeichnet, dass das aliphatische Diol ausgewählt ist aus der Gruppe Triethylenglykol, Diethylenglykol und , Ethylenglykol.

7. Verfahren gemäss Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass Filamente mit Titern von 0,1 bis 0,7 dtex gesponnen werden.
8. Verfahren gemäss Anspruch 7,
dadurch gekennzeichnet, dass Filamente mit Titern von 0.1 bis 0.35 dtex gesponnen werden.
9. Verfahren gemäss Anspruch 7,
dadurch gekennzeichnet, dass Filamente mit Titern von 0.1 bis 0.2 dtex gesponnen werden.
10. Polyester-Mikrofilamente mit einem Titer von maximal 0,7 dtex , herstellbar gemäss einem der Ansprüche 1 bis 9,
dadurch gekennzeichnet, dass sie einen Anfärbegleichmässigkeitswert gemäss Grauskala von 4,0 bis 5,0 und einen ΔE -Wert von weniger als 1,0 aufweisen.

„Verfahren zum Schmelzspinnen von Polyester-Mikrofilamenten mit einem Titer von maximal 0,7 dtex und danach herstellbare Polyester-Mikrofilamente“

Zusammenfassung

Es werden ein Verfahren zum Schmelzspinnen von Polyester-Mikrofilamenten von maximal 0,7 dtex und die danach herstellbaren Mikrofilamente zur Verfügung gestellt, nach dem die Filamente in Abhängigkeit von ihrem Titer aus einer Schmelze mit gegenüber dem Stand der Technik mit reduzierter Lösungsviskosität gesponnen werden.